Doc. 1-1 on ss 2 from WPIL using MAX

©Derwent Information

Cosmetic compsns contg superfatting agents

Patent Number: BE-767213

International patents classification : A61K-007 00

Bl. 767213 A Cosmetic compsise esp. cosmetic detergents, conting as superfatting agents, esterification products (I) formed by reacting glycerolethylene oxide adducts (He conting. 4-10 moles of ethylene oxide per mole of glycerol with 8-18C fatty acids (III) at the rate of 1-2 moles of (III) per

(I) have only slight effect on the foaming qualities of surfactants and have good solubility in mixtures of alcohol and water

(1) prevent degreasing of the skin by detergent compsns, and may be used in shampoos, foam-bath, toilet soaps etc

DW1971-46 *

• <u>Patentee & Inventor(s)</u>: <u>Patent assignee</u>: (HENK) HENKEL & CIE GMBH

• <u>Publication data</u> : <u>Patent Family</u> : BE-767213 A 0 DW1 NL7105154 A 0 DW1971-48 NL7105154 A 0 DE2024051 A 0 DW1971-50 DW1972-01 JP46006750 A 0 DW1972-14 FR2090087 A 0

GB1333475 A 0 DW1973-41 CH-554673 A 19741015 DW1974-46 DE2024051 B 19791004 DW1979-41 JP82032041 B 19820708 DW1982-31 Priority n°: 1970DE-2024051 19700516

Covered countries: 7 Publications count: 9

• <u>Accession codes</u> : <u>Accession N</u>°: 1971-736118 [46]

• Derwent codes :

Manual code: CPI: D08-B D10-B02 Derwent Classes : D21 D23

• Update codes : Basic update code :1971-46 Equiv. update code: 1971-48; 1971-50; 1972-01; 1972-14; 1973-41; 1974-46; 1979-

41, 1982-31

			,
			, •
†		··	

19 BUNDESREPUBLIK 12 PATENTSCNTITE DEUTSCHLAND

¹⁰ DE 2024051 C3

(51) Int CI 4 A61K7/00



DEUTSCHES PATENTAMT

Henkel KGaA, 4000 Düsseldorf, DE

73 Patentinhaber:

Aktenzeichen: P 20 24 051 1-41 Anmeldetag: 16 5.70 Offenlegungstag: 9. 12. 71 Bekanntmachungstag: 4. 10, 79

Veröffentlichungstag der Patenterteilung: 7. 5.86

Patentschrift weicht von Auslegeschrift ab

(7) Erfinder:

Kroke, Hermann, Dr., 4006 Erkrath, DE; Jung, Eva-Maria, 4000 Düsseldorf, DE

S Entgegenhaltungen:

DE-PS 6 05 973 DE-AS 14 67 816 DE-OS 14 67 816 ΒE 7 03 052 US 31 24 602 US 26 17 754 US 26 17 754

Parfumerie und Kosmetik, 50. Jg., Nr. 2, 1969, S. 53;

Nonionic Surfactants, 1967, S. 270 ff.; Chemical Abstracts, Bd. 54, P7.177c, 1960; Chemical Abstracts, Bd. 60, P4.013e, 1964;

Chemical Abstracts, Bd. 62, P9.311f, 1965; Chemical Abstracts, Bd. 66, P67.066g, 1967;

(A) Verwendung der Veresterungsprodukte von Glycerin-Äthylenoxid-Addukten mit Fettsäuren als Ruckfettungsmittel in kosmetischen Zubereitungen

(

4

Schaumvolumen Schaumzerfall in in cm³ bei cm³ pro Minute folgenden Zusatzbei folgenden mengen an Zusatzmengen an Zubereitung Zubereitung 0.5 g/l 1 g/l 2 g/l 0.5 g/l 1 g/l 2 g/l

Zubereitung la 170 220 390 2,5 1.5 4.0 Zub reitung lb 160 340 360 2,0 5,5 4,5

50,0 Gew.-T.

36,0 Gew.-T.

36,0 Gew.-T.

Duschbadrezeptur, a ь rückfettend II Natriumlauryl-

50,0 Gew.-T. äthersulfat 27 - 28% Kokosfettsäure-3,0 Gew.-T. 3.0 Gew.-T. diäthanolamid Produkt nach vor-10,0 Gew.-T. liegender Anmeldung Vergleichsprodukt 10,0 Gew.-T. Parfüm 1,0 Gew.-T. 1.0 Gew.-T. Wasser

Die Viskosität der Zubereitungen betrug bei Raumtemperatur:

lia = 634 cP llb = 34 cP

Schaumverhalten

5		Schaumvolumen in cm ³			Schaumzerfall in cm³/Min.		
	<u>-</u>	0,5 (g/ 1 g/	2 g/l	0,5 8	/11 g/l	2 g/l
•	Zubereitung IIa Zubereitung IIb	190 260	310 450	590 570	1,5 2,0	2,0 4,0	7,5 8,0
	Ölschaumbadgrund- rezeptur, rückfettend	111	a		b		
5	Natriumlauryl- äthersulfat 27 – 289 Dehydag	6	55,0 G	ewT.	5	5,0 Gev	 ∀.•T.
,	Produkt nach vor- liegender Anmeldur	ng	25,0 G	ewT.	-	•	
	Vergleichsprodukt Parfüm Wasser		_ 3,0 Ge 17,0 Ge			5,0 Gev 3,0 Gev 7,0 Gev	vT.

Die Viskosität der Zubereitungen betrug bei Raumtemperatur:

> Illa = 1739 cP IIIb - 118 cP

Schaumverhalten

50)

60

	in cm ³			Schaumzerfall in cm³/Min.		
65	0,5 g/1	1 g/1	2 g/1	1/ج 2,0	1 6/1	2 13/1
Zubereitung IIIa Zubereitung IIIb	220 280	320 500	560 570	6,0 6,0	11,5 16,0	22 20

verschieden, da bei ihnen die Fettsäure nicht direkt an der Hydroxylgruppe des Glycerins verestert ist, sondern an einer Äthylenoxidgruppe, die ihrerseits am Glycerin üb r eine Ätherbrücke gebunden ist. Die sich aus dieser strukturellen Verschiedenheit ergebenden Vorteile der 5 erfindungsgemäß zu verwendenden Produkte sollen mit f Igenden Vergleichsversuchen aufgezeigt werden.

Das gemäß vorliegender Anmeldung für die Vergleichsversuche eingesetzte Produkt war ein Teilester der durch Anlagerung von 7,4 Mol 10 Äthylenoxid an 1 Mol Glycerin und nachträgliche V resterung von 1 Mol dieses Adduktes mit 1 Mol Kokosfettsäure C₈₋₁₈ erhalten worden war.

Das eingesetzte Vergleichsprodukt ist das Anlagerungsprodukt von Äthylenoxid an einen Partialester aus 15 Glycerin und Fettsäuren der Kettenlängen Co-10-

Bei der Vergleichsversuchen wurde an einzelnen kosmetischen Formulierungen das Schaumverhalten nach der Schlagschaummethode nach der Deutschen Industrie Norm 53 902 bei 45°C und 10° hartem Wasser 20 und die Viskosität der Formulierungen jeweils mit dem eigenen Produkt und Vergleichsprodukt geprüft. Bei der Schlagschaummethode wird der Schaum durch Schlagen der Lösungen in einem Standzylinder mit einer an einem Stiel besestigten gelochten Platte erzeugt. Das 25 Standgefäß besteht aus einem Meßzylinder von 1 Liter Inhalt, der Schaumstempel aus einer Lochscheibe von 55 mm Durchmesser mit 40 Löchern von 4,5 mm Durchmesser. Die Lochscheibe ist in ihrem Mittelpunkt an einem Stab von 50 cm Länge und 5 mm Durchmesser 10 befestigt. Zur Erzeugung des Schaums wird der Stempel innerhalb von 30 Sekunden 30mal auf und ab bewegt. 30 Sekunden nach Beendigung des Schlagens werden die Schaumvolumen an der Teilung der Meßzylinder abgelesen, wobei die Mengen der in Schaum 35 überführten Flüssigkeit unberücksichtigt bleiben. Für die Messung wurden die Meßzylinder mit 200 ml der zu vergleichenden Lösungen beschickt, die die verscheidenen Mengen der zu prüfenden Substanz in 10° hartem Wasser gelöst enthielten. Bei den Versuchen 40 wurden die in den nachstehenden Tabellen aufgeführten Werte für die Schaumentwicklung und den Schaumzerfall pro Minute gemessen, wobei als Vergleichssubstanzen nicht die Produkte selbst, sondern diese enthaltende kosmetische Zubereitungen verwendet 45 wurden, da dies zu einem praxisgerechteren Bild führt. Ferner wurden die Viskositäten der Zubereitungen aunter Einsatz der beiden zu vergleichenden Produkte gemessen.

Duschbadgrundrezeptur, rückfettend I	٥	b
Natriumlauryläthersulfat 27 – 28% Waschaktivsubstanz	30,0 GewT.	30,0 GewT.
Produkt nach vor- liegender Anmeldung	5,0 GewT.	-
Vergleichsprodukt	-	5,0 Gew T.
Natriumchlorid	4,5 GewT.	4.5 GewT.
Parfüm	2,0 GewT.	2,0 GewT.
Wasser	58,5 GewT.	58,5 GewT.

Die Viskosität der Zubereitungen betrug bei Raumtemperatur:

la = 563 cP Ib = 12 cP

0

D

Den Vergleichsversuchen ist zu entnehmen, daß sich in der Beeinflussung des Schaumverhaltens der kosmetischen Produkte keine nennenswerten Unterschiede zwischen beiden Produkten zeigen. Das etwas bessere Schaumvermögen des Vergleichsprodukts wird durch die bessere Schaumstabilität der meisten Zubereitungen mit dem Produkt gemäß vorliegender Anmeldung ausgeglichen. Was die negative Beeinflussung des Schaums anbelangt, sind beide Produkte als gut zu bezeichnen.

Der große Vorteil des Produktes gemäß vorliegender Anmeldung ist in seiner sehr ausgeprägten Viskositätserhöhung bei den einzelnen Zubereitungen zu sehen. Diese Viskositätserhöhung ist aber gerade für die Zubereitungen, die einer Rückfettung bedürfen, wie 15 Badezusätze, Haarwaschmittel von großer Bedeutung, da von einer guten Viskosität, die ohne einen weiteren Zusatz von Verdickungsmitteln erzielt werden kann, die Verkaufsfähigkeit der Produkte abhängt. Zusätzliche Verdickungsmittel sind wegen einiger Nebenwirkungen 20 wie Klebrigkeit und des zusätzlichen Arbeitsaufwandes unerwunscht.

Zur Vollständigkeit wurden aber auch vergleichende Messungen an den Produkten selbst vorgenommen, die zu folgenden Ergebnissen führten:

Schaumvermögen: Schaumschlagmethode DIN 53 902 40°C, Wasser 8° dH

Schaum- volumen	Produ Anme	kt vorl Idung	Softig	en 767
	0,5	1	0,5	1 g/l Aktivsubstanz
V ₁ min	10	5	40	40
V₂ min	0	0	30	30
V, min			30	30
V ₅ min			30	30
V ₁₀ min			30	20
V ₁₅ min			20	20
V∞ min			20	20

Aus dieser Gegenüberstellung geht eindeutig hervor, daß das Vergleichsprodukt aufgrund seiner Struktur 45
her Tensideigenschaften aufweist, während das Produkt gemäß vorliegender Anmeldung praktisch aum schaumt, ein Beweis, daß seine Tensideigenschaften nur sehr schwach ausgeprägt sind.

Oberstächenspannung: 18°C, vollentsalztes Wasser dyn/cm

Produkt gemäß vorl. Anm.			Vergleichsprodukt			
0,1	0,01	0,001	0,1	0,01	0,001%	
33,4	36,0	40,0	32,0	32,0	37,0	

In einem weiteren Versuch wurde die Schaumfähigkeit einer Schaumbadrahmenrezeptur mit Zusätzen der einzelnen Rückfettungsmittel untersucht.

Tabelle II

	Mischung 1	Mischung 2	Mischung 3	Mischung 4	Mischung 5
Bestandteile Natriumlauryläthersulfat (2 ÄO) (27-28% WAS)	60	60	60	60	60
Natriumlaurylsulfat (über 90% WAS)	5	5=	5	5	5

Auch aus dieser Gegenüberstellung ist ersichtlich, daß das Vergleichsprodukt deutlich oberflächenaktiver ist, als das Produkt gemaß vorliegender Anmeldung, was bei einer Verwendung als Rückfettungsmittel in kosmetischen Zubereitungen wegen der damit verbundenen Möglichkeit einer höheren Haut- bzw Schleimhautreizung unerwunscht ist.

Die nachfolgenden Beispiele sollen den Gegenstand der Erfindung naher erläutern, ohne ihn jedoch hierauf zu beschränken.

Beispiele

Für die nachstehend beschriebenen Versuche und kosmetischen Zubereitungen wurden folgende Veresterungsprodukte verwendet.

- A) (1 Mol Glycerin + 7,4 Mol Äthylenoxid) mit 1 Mol Kokosfettsäure C_{u-10}
 Säurezahl 1,0, Verseifungszahl 92, Hydroxylzahl 185
- B) (1 Mol Glycerin + 7,4 Mol Äthylenoxid) mit 1 Mol Talgfettsäure Säurezahl 1,1, Verseifungszahl 83, Hydroxylzahl 166
- C) (1 Mol Glycerin + 10 Mol Äthylenoxid) mit 1 Mol Talgfettsäure Säurezahl 1,4, Verseifungszahl 71, Hydroxylzahl 141

Da für kosmetische Reinigungsmittel die Kombinationsfähigkeit mit bestimmten Tensiden von wesentlicher Bedeutung ist, wurden in nachstehender Tabelle aufgeführte Mischungen geprüft.

Tabelle I

40

Mischungs- bestandteil	Mischung 1	Mischung 2	Mischung 3
A)	10		
B)	_	10	_
C)	_	_	10
Natriumlauryl- äthersulfat (2 ÄO) (27 – 28% WAS)	50	50	50
Wasser Ergebnis	40 klare einheitL Lösung	40 klare einheitL Lösung	40 klare einheitl. Lösung

Sonnenschutzereme	
Erdnußöl	5 GewTie.
Lichtschutzmittel	2 GewTle.
Rückfettungsmitt 1 B)	20 GewTle.
Wasser	53 GewTle.
Nagellackentferner	
Äthylacetat	35 GewTle.
Aceton	35 GewTle.
	Erdnußöl Lichtschutzmittel Rückfettungsmitt I B) Wasser Nagellackentferner Äthylacetat

Butylacetat	10 GewThe.
Butanol	5 Gew. The.
Rückfettungsmittel C)	15 GewThe.

Die erfindungsg mäßen Rückfettungsmittel sind besonders vorteilhaft in kosmetischen Reinigungsmitteln
einsetzbar, weil sie keinen nennenswerten, ungünstigen
Einfluß auf das Schaumvermögen dr tensidhaltigen
Produkte ausüben, bzw. weil sie bereits eine gute
Löslichkeit in Alkohol-Wasser-Gemischen besitzen.